(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 571 782**

(51) Int. Cl.:

C08J 9/18 (2006.01)
C08J 9/232 (2006.01)
B29C 44/44 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.12.2005 E 05820117 (9)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.04.2016 EP 1847562**

(54) Título: **Partículas pre-expandidas de resina de polipropileno y artículos espumados en moldes preparados a partir de las mismas**

(30) Prioridad:

12.01.2005 JP 2005004980

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
26.05.2016

(73) Titular/es:

KANEKA CORPORATION (100.0%)
2-3-18, Nakanoshima
Kita-ku, Osaka, JP

(72) Inventor/es:

KIGUCHI, TARO y
IWAMOTO, TOMONORI

(74) Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 571 782 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Partículas pre-expandidas de resina de polipropileno y artículos espumados en moldes preparados a partir de las mismas

La presente invención se refiere a partículas pre-expandidas de resina de polipropileno utilizables en componentes interiores de automóviles, materiales del núcleo de paragolpes de automóviles, materiales de aislamiento térmico, materiales de envoltura de acolchamientos, cajas retornables y similares y a artículos espumados en moldes preparados a partir de las partículas pre-expandidas.

Los artículos espumados en moldes preparados a partir de partículas pre-expandidas de resina de polipropileno tienen ventajas como la capacidad de ser conformadas en las formas deseadas, peso ligero y capacidad de aislamiento térmico. Cuando se comparan con artículos preparados usando un tipo similar de partículas pre-expandidas, las partículas espumadas en moldes preparadas a partir de partículas pre-expandidas de resina de polipropileno tienen resistencia química, resistencia térmica y capacidad de restauración de deformaciones después de una compresión superiores a las de artículos espumados en moldes preparados a partir de partículas pre-expandidas de resina de poliestireno y exhiben una mayor exactitud dimensional, resistencia térmica y resistencia a la compresión que las de artículos espumados en moldes preparados a partir de partículas pre-expandidas de resina de polietileno. Los artículos espumados en moldes preparados a partir de partículas pre-expandidas de resina de polipropileno tienen estas características y por tanto son aplicadas a diversos usos que incluyen componentes interiores de automóviles, materiales de núcleo de paragolpes de automóviles, materiales de aislamiento térmico y materiales de envoltura de acolchamientos.

Las máquinas moldeadoras usadas en la actualidad para la producción de artículos espumados en moldes a partir de partículas pre-expandidas de resina de polipropileno son mayoritariamente de un tipo que resiste una presión de 0,4 MPa y la presión del vapor de agua de calentamiento del moldeo habitualmente empleada para las máquinas moldeadoras es hasta aproximadamente 0,36 MPa. Las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno usadas para el espumado en moldes están compuestas por una resina que tiene propiedades que satisfacen estas condiciones. Normalmente, se usa un copolímero al azar de etileno-polipropileno que tiene un punto de fusión de aproximadamente 140 ºC a 150 ºC.

Los usos de los artículos espumados en moldes incluyen muchos que requieren una rigidez elevada, como los componentes interiores de automóviles y materiales de núcleos de paragolpes de automóviles. La rigidez de los artículos espumados en moldes depende generalmente de la rigidez de las resinas de los materiales de partida y las relaciones de expansión. Los artículos espumados en moldes aplicados para estos usos actualmente consiguen la elevada rigidez necesaria usando un producto que tiene una densidad elevada, es decir, un producto espumado a una baja relación de expansión. Sin embargo, el aumento en la densidad degrada el peso ligero originalmente esperado a partir de los artículos espumados en moldes. En particular, esto da lugar a una disminución del consumo de combustible de automóviles equipados con componentes compuestos por estos artículos y puede haber un aumento también en peso del producto residual final. Por tanto, siempre que sea posible debe ser evitado un aumento en la densidad. Por otra parte, al aumentar la rigidez de la resina en sí misma, que es otra propuesta posible para conseguir una rigidez elevada, las condiciones de fabricación para el espumado en moldes se hacen más restrictivas y esto aumenta el coste para el procedimiento de espumado. En concreto, una resina de polipropileno que tiene una rigidez elevada tiene habitualmente un bajo contenido de comonómeros y un punto de fusión elevado. La presión del vapor de agua de calentamiento para el moldeo requerida para obtener un artículo moldeado satisfactorio tiende a aumentar con el aumento del punto de fusión de la resina. Por tanto, con el fin de conseguir una rigidez superior, se deben usar una máquina moldeadora y una matriz que puedan resistir presiones elevadas, aumentando así el coste de la instalación y el coste de los utensilios. Como consecuencia, se aumenta el coste para el procedimiento de moldeo.

En los últimos años, la importancia de la apariencia es creciente incluso para los artículos espumados en moldes. La apariencia es notablemente importante para usos como componentes interiores de automóviles y cajas retornables, que atraen las miradas del público. Los artículos espumados en moldes es necesario que tengan una buena apariencia además de las propiedades físicas, como rigidez, peso ligero y capacidad de aislamiento térmico, habitualmente requeridas para los artículos espumados en moldes. Debido a su procedimiento de producción, los artículos espumados en moldes tienen espacios entre partículas y modelos alveolados debido a las formas de las partículas en su apariencia. Productos que requieren una buena apariencia no puede aceptar estas apariencias. Con el fin de hacer que sean menos apreciables los espacios entre partículas, por ejemplo, la presión del vapor de agua de calentamiento durante el espumado en moldes es generalmente aumentada para favorecer la fusión entre las partículas. Con el fin de suprimir los modelos alveolares derivados de la forma de las partículas, se ha puesto en práctica una tecnología que usa una matriz que tiene una superficie provista de irregularidades finas (se hace referencia, por ejemplo, al Documento de Patente 1 mostrado con posterioridad). Según esta tecnología, la presión del vapor de agua de calentamiento durante el espumado en moldes se ajusta a un nivel elevado para favorecer la transferencia de las irregularidades en los artículos espumados. Como es evidente a partir de estas tecnologías, la presión del vapor de agua de calentamiento para el moldeo durante el espumado en moldes debe ser aumentada hasta un nivel superior al requerido para la fusión de las partículas, con el fin de obtener una buena apariencia en artículos espumados en moldes cuyos espacios entre partículas son apenas apreciables, es decir, con el fin de

obtener artículos espumados en moldes con una buena apariencia superficial.

Por tanto, se desea una tecnología que pueda producir establemente artículos espumados en moldes de resina de polipropileno de rigidez elevada con una buena apariencia superficial a una baja temperatura de tratamiento del moldeo sin usar una máquina moldeadora especial.

En la actualidad están siendo investigadas diversas tecnologías para mejorar la rigidez de los artículos espumados en moldes. Una propuesta asumible es simplemente usar homopolipropileno para obtener una rigidez elevada con una resina de polipropileno. Por ejemplo, el Documento de Patente 2 mostrado con posterioridad describe una tecnología referida a partículas pre-expandidas de resina de homopolipropileno cuyo módulo de tracción es de 15.000 a 25.000 kg/cm^2 y el calor del pico lateral de temperatura elevada en una curva de calorimetría de exploración diferencial (DSC) observado con un calorímetro de exploración diferencial es de 30 a 60 J/g. Además, el Documento de Patente 3 mostrado con posterioridad describe una tecnología capaz de preparar partículas pre-expandidas que pueden producir un artículo espumado en molde a una temperatura de moldeo relativamente baja usando una resina de homopropileno cuyo índice de fluidez en estado fundido (MFR) es de 20 a 100 g/10 minutos.

Sin embargo, según la tecnología descrita en el Documento de Patente 2, la presión del vapor de agua de calentamiento durante el moldeo requerido para obtener un artículo espumado en molde satisfactorio se describe que está en el intervalo de 0,4 a 0,6 MPa. Por tanto, no puede ser usada para moldear una máquina moldeadora que resista una presión de tan solo hasta 0,4 MPa. Además, la apariencia superficial del artículo resultante no se describe en particular. Según la tecnología descrita en el Documento de Patente 3, aunque se usan homopropileno y una resina de polipropileno al azar con un bajo contenido de comonómeros, no se proporciona una descripción específica relativa la apariencia superficial. Esta tecnología establece también un patrón de evaluación similar, es decir, si la fusión entre las partículas expandidas se observa a una relación de 60% o más. Sin embargo, este patrón es para evaluar si se produce o no una fusión local entre partículas en el interior espumado en molde. Al contrario que el patrón para obtener una apariencia superficial, este patrón es fácilmente satisfecho mediante el uso de una baja presión del vapor de agua de calentamiento del moldeo. Supuestamente es difícil en la práctica obtener un artículo moldeado con una buena apariencia superficial usando una máquina moldeadora que resiste una presión hasta 0,4 MPa según la tecnología descrita en este documento de la técnica relacionada.

Está siendo investigada también una tecnología que usa copolímeros al azar de polipropileno desde el punto de vista de la elevada capacidad de moldeo, aunque la rigidez del artículo resultante no es tan elevada como la conseguida mediante homopolipropileno. Por ejemplo, el Documento de Patente 4 mostrado con posterioridad describe una tecnología para obtener un artículo espumado que tiene una elevada resistencia a la compresión y capacidad de moldeo usando una resina cuya relación de peso molecular medio ponderal Mp respecto al peso molecular medio numérico Mn es de 6 o menos y cuya relación l/lo del diámetro l de la resina extraída del orificio respecto al diámetro lo del orificio es de 1,15 o menos cuando el MFR es medido con un medido de MFR según el patrón industrial japonés (JIS) K-7210. Sin embargo, esta tecnología es meramente una técnica para realizar la producción de un artículo espumado en molde satisfactorio sin impregnar partículas pre-expandidas con gas inorgánico o sin rellenar una matriz con partículas pre-expandidas en estado comprimido en el transcurso de el espumado en molde. El efecto de mejorar la resistencia a la compresión del artículo espumado en molde raramente es exhibido según está tecnología. De hecho, la resistencia a la compresión del artículo espumado descrito en este documento es como máximo de 2,9 kgf/cm^2 a una presión de calentamiento de moldeo de 3,0 kgf/cm^2. Esta resistencia a la compresión no es significativamente diferente de la de artículos espumados de resina polipropileno comúnmente usados en la actualidad. Según esta tecnología, un artículo espumado de resina de propileno que tiene una resistencia a la compresión de 3,3 kgf/cm^2 es obtenido simplemente a una presión de calentamiento de moldeo elevada de 3,5 kgf/cm^2. Además, aunque los huecos entre partículas de los artículos moldeados son evaluados, no es probable que se realice la buena apariencia superficial con esta tecnología.

Además, el Documento de Patente 5 mostrado con posterioridad describe una tecnología que usa partículas de resina que tienen un punto de fusión de 155 ºC a 165 ºC, una relación Mz/Mp del peso molecular medio Z respecto al peso molecular medio ponderal de 3 a 6 y un MFR de 10 a 150 g/l. El objetivo principal de esta tecnología es obtener partículas expandidas para un espumado en molde sin usar un método denominado “DOKAN”. Además, como es evidente a partir del hecho de que el punto de fusión de resina sobrepasa los 155 ºC, el estado de calentamiento para obtener un artículo espumado es elevado hasta un nivel que sobrepasa 4 kgf/cm^2.

El Documento de Patente 6 mostrado con posterioridad describe una tecnología que usa una resina de base compuesta por un copolímero al azar de propileno que tiene un punto de fusión de 149 ºC a 157 ºC, un MFR de 1 a 20 g/10 minutos y un tiempo de cristalización media que no sobrepasa un cierto valor.

Además, el Documento de Patente 7 mostrado con posterioridad describe una tecnología para aumentar la resistencia a la compresión de un artículo espumado en molde obtenido estableciendo la relación entre la cantidad de cristales en el lado de temperatura elevada de la curva de fusión de cristales y la del lado de temperatura baja en un intervalo particular. En este caso, la curva de fusión de cristales es obtenida mediante la observación de los cristales de partículas pre-expandidas de resina de polipropileno para espumar en molde mediante calorimetría de exploración diferencial (denominada “DSC” en lo sucesivo).

Sin embargo, estas tecnologías requieren un vapor de agua de calentamiento que tiene una presión elevada de 0,4

a 0,5 MPa para espumar en molde y se pueden poner en práctica solamente usando una máquina moldeadora altamente resistente a la presión, como con las tecnologías descritas en los Documentos de Patentes 2 y 3 anteriormente mencionados.

Además, el Documento de Patente 8 mostrado con posterioridad describe una tecnología para obtener una resina que tiene un elevado módulo de tracción para el punto de fusión de la resina, es decir, una rigidez elevada, usando una resina de polipropileno que contiene 1-buteno como un comonómero y para obtener una elevada rigidez en un artículo espumado en molde a partir de esta resina.

Esta tecnología requiere también vapor de agua de calentamiento que tiene una presión de aproximadamente 0,4 MPa para espumar en molde. Aunque la presión del vapor de agua de calentamiento de moldeo es relativamente baja en comparación con otras tecnologías, la presión más baja en los ejemplos prácticos es de 0,36 MPa, que es muy cercana al límite superior de la presión, 0,4 MPa, empleada en máquinas moldeadoras comunes. Además, no se proporciona una descripción específica relativa a la apariencia superficial. Se considera que es necesaria una presión de vapor de agua de calentamiento de moldeo superior para obtener una buena apariencia superficial.

Además, el Documento de Patente 9 mostrado con posterioridad describe una tecnología para obtener un artículo espumado de resina de polipropileno de rigidez elevada usando partículas pre-expandidas de resina de polipropileno cuya resina de base es un copolímero al azar de propileno/1-buteno que contiene 3 a 12% en peso de 1-buteno. Según la descripción, esta tecnología permite usar una máquina moldeadora común que soporta una presión de hasta 0,4 MPa, ya que la presión del vapor de agua de calentamiento de moldeo es de aproximadamente 0,3 MPa. Según un ejemplo descrito en este documento, sin embargo, la rigidez del artículo espumado en molde obtenido mediante una presión de vapor de agua de calentamiento de moldeo cercana a 0,3 MPa es de 6,2 kg/cm^2 de resistencia a la compresión medida según el Patrón Industrial Japonés (JIS) K-6767 bajo una tensión de compresión de 50% a 20 ºC. Este nivel de rigidez no es suficiente para usos que requieren una rigidez elevada. Además, el copolímero al azar de resina de polipropileno de sistema único de 1-buteno que no contiene componente de etileno es duro y quebradizo en comparación con los copolímeros al azar de resina de polipropileno que contiene etileno. Por tanto, cuando se usa como la resina de base del artículo espumado, el artículo espumado tendrá una escasa capacidad de recuperación dimensional después de una compresión y unas bajas propiedades de impacto en una zona de bajas temperaturas. Los artículos espumados de resina de polipropileno tienen una rigidez inferior pero una resistencia superior a impactos repetidos y flexibilidad en comparación con la resina de poliestireno en artículos espumados en molde. Por estas propiedades, la resina de polipropileno es usada también para materiales de envoltura de acolchamientos. Consecuentemente, la tecnología descrita en este documento tiene un inconveniente en cuanto que la tecnología no es adecuada para usos típicos de envolturas de acolchamientos distintos de los que requieren solo una rigidez elevada.

Como se expuso anteriormente, ha sido usada una máquina moldeadora especial que puede resistir una presión de vapor de agua de calentamiento de moldeo elevada para aplicaciones que requieren una rigidez elevada. Sin embargo, con el fin de aumentar la resistencia a la presión de la máquina moldeadora, el tamaño de la máquina debe ser aumentado para aumentar la resistencia de la máquina moldeadora. Además, el grosor de una matriz debe ser también aumentado. Estos factores aumentan sustancialmente el coste de la instalación, lo que es un problema.

Además, el aumento de la presión del vapor de agua de calentamiento de moldeo conduce a un aumento en la cantidad de vapor de agua requerido para calentar durante el moldeo. Por tanto, se debe aumentar la cantidad de agua de enfriamiento, aumentando así también el coste de la energía. Como se requiere el calentamiento a una temperatura superior, el calentamiento para moldear requiere un tiempo más prolongado y el procedimiento de enfriar la matriz calentada con agua de enfriamiento requiere también un tiempo más prolongado. Por tanto, el ciclo de producción por producto requiere un tiempo más prolongado, conduciendo así a una eficacia de producción disminuida. Además, como la forma de la matriz para espumar en molde es complicada, se puede producir una concentración local de tensión en la matriz durante el moldeo y calentamiento dependiendo de la forma, lo que puede producir a una rotura de la matriz y un aumento adicional en el coste.

Como se describió anteriormente, el aumento de la presión del vapor de agua de calentamiento de moldeo durante el espumado en molde genera diversos problemas. La presión del vapor de agua de calentamiento de moldeo es preferentemente tan baja como sea posible. Según las tecnologías existentes, es difícil obtener partículas pre-expandidas de resina de rigidez elevada para un espumado en molde que puedan producir establemente artículos moldeados usando una máquina moldeadora común que resista una presión de hasta 0,4 MPa. Además, no ha estado disponible hasta ahora tecnología alguna que consiga la apariencia superficial requerida en los artículos espumados en molde.

Por otra parte, ha sido desarrollada una tecnología para conferir una nueva propiedad a una resina incorporando una resina que tiene una propiedad física diferente. El Documento de Patente 10 mostrado con posterioridad describe partículas pre-expandidas de resina de polipropileno compuestas por una resina mixta que contiene 90 a 10% en peso de resina de polipropileno que tiene un MFR de 6 a 10 g/10 min y 10 a 90% en peso de una resina de polipropileno que tiene un MFR de 0,5 a 3 g/10 min, teniendo la resina mixta un MFR de 2 a 5 g/10 min. El documento describe que se puede obtener un artículo moldeado que tiene una buena calidad superficial y capacidad de fusión y está exento de marcas de inmersión (de formación) en un periodo de moldeo corto usando estas partículas pre-expandidas. Este documento describe principalmente efectos relacionados con el tiempo de moldeo y

no se refiere particularmente a la rigidez. Además, aunque se evalúa la marca de la superficie del artículo moldeado, no se proporciona una descripción específica de la apariencia superficial.

Documento de Patente 1: Publicación de la Solicitud de Patente japonesa sin examinar nº 2000-108134.

Documento de Patente 2: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar nº 8-277340.

Documento de Patente 3: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar nº 10-45938.

Documento de Patente 4: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar nº 3-152136.

Documento de Patente 5: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar nº 10-306173.

Documento de Patente 6: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar nº10-316791.

Documento de Patente 7: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar nº 11-156879.

Documento de Patente 8: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar nº 7-258455.

Documento de Patente 9: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar nº 1-242638.

Documento de Patente 10: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar nº 2000-327825.

En cuanto a la producción de artículos espumados en molde a partir de partículas pre-expandidas de resina de polipropileno, un objeto de la presente invención es desarrollar partículas pre-expandidas de resina de polipropileno que puedan producir establemente un artículo espumado en molde de rigidez elevada con una buena apariencia superficial con una máquina moldeadora común que resista una presión de hasta 0,4 MPa.

Se han llevado a cabo estudios intensivos para conseguir el objeto anteriormente descrito. Se ha encontrado que un artículo espumado en molde que tenga una rigidez elevada y una buena apariencia superficial puede ser obtenido a una baja temperatura de tratamiento de moldeo usando partículas pre-expandidas de resina de polipropileno cuya resina de base es una resina de polipropileno que tiene un MFR de 5 g/10 min o más y 20 g/10 min o menos y un punto de fusión de 140 ºC o más y 155 ºC o menos, que exhibe un calor de fusión de cristales y un punto de fusión de la resina (ambos determinados con un calorímetro de exploración diferencial) que satisface una relación particular, y que tiene una distribución de pesos moleculares, Mp/Mn de 6 o menos, o una mezcla de resinas que contiene esta resina de propileno especificada. Basándose en este descubrimiento, se ha conseguido la presente invención.

Un primer aspecto de la presente invención proporciona una partícula pre-expandida de resina de polipropileno que contiene una resina de base que incluye una resina de polipropileno que tiene un MFR de 5 g/10 min o más y 20 g/10 min o menos, un punto de fusión de 140 ºC o más y 155 ºC o menos y una distribución de pesos moleculares Mp/Mn de 6 o menos, y que exhibe una relación entre un calor de fusión de cristales y el punto de fusión de la resina determinada con un calorímetro de exploración diferencial que satisface la fórmula condicional (1):

[calor de fusión de cristales (J/g)] ≥

1,2 x [punto de fusión (ºC)] - 96(1)

Un segundo aspecto de la presente invención proporciona una partícula pre-expandida de resina de polipropileno que comprende una resina de base, una resina de polipropileno que tiene un MFR de 5 g/10 min o más y 20 g/10 min o menos y un punto de fusión de 140 ºC o más y 155 ºC o menos, conteniendo la resina de base 70% o más y 95% o menos en peso de una resina de polipropileno (A) que tiene un MFR de 10 g/10 min o más y 30 g/10 min o menos y una distribución de pesos moleculares Mp/Mn de 6 o menos y 5% o más y 30% o menos en peso de una resina de polipropileno (B) que tiene un MFR de 0,1 g/10 min o más y 3 g/10 min o menos, exhibiendo la resina de polipropileno una relación entre un calor de fusión de cristales y el punto de fusión de la resina determinado con un calorímetro de exploración diferencial que satisface la fórmula condicional (1):

[calor de fusión de cristales (J/g)] ≥

1,2 x [punto de fusión (ºC)] - 96(1)

Según una realización preferida, la presente invención proporciona la partícula pre-expandida de resina de polipropileno anteriormente descrita en la que la resina de polipropileno usada tiene una resina de base que contiene 1-buteno como un comonómero y que, más preferentemente, con respecto a la partícula pre-expandida de resina de polipropileno, una relación de calor al pico de fusión lateral de temperatura elevada calculado a partir del calor Ql a un bajo pico de fusión lateral de temperatura baja y un calor Qh a un pico de fusión lateral a temperatura elevada, es decir, {Qh/(Ql + Qh)} x 100, que es 15% o más y 50% o menos, siendo observados los dos picos de fusión mediante calorimetría de exploración diferencial.

Un tercer aspecto de la presente invención proporciona un artículo espumado en molde producido a partir de la

partícula pre-expandida de resina de polipropileno anteriormente descrita, teniendo el artículo una densidad de 10 kg/m^3 o más y 300 kg/m^3 o menos.

Según la presente invención, un artículo espumado en molde de resina de polipropileno que tiene una rigidez elevada y una buena apariencia superficial establemente puede ser producido a una baja temperatura de moldeo sin requerir una máquina moldeadora especial.

La Fig. 1 es un gráfico que muestra el punto de fusión de la resina en el eje de abscisas y el calor de fusión de cristales en el eje de ordenadas para los Ejemplos y Ejemplos Comparativos analizados, en el que la zona por encima de la línea recta es una zona del punto de fusión de la resina de base y el calor de fusión de cristales según la presente invención.

La Fig. 2 muestra un ejemplo de una curva de DSC obtenida mediante el análisis de partículas pre-expandidas de resina de polipropileno de la presente invención usando un calorímetro de exploración diferencial, en la que el eje de abscisas indica la temperatura y el eje de ordenadas indica la endotermia y en que una zona oscurecida en el lado de bajas temperaturas es Ql y una zona oscurecida en el lado de temperaturas elevadas es Qh.

Las partículas pre-expandidas de la presente invención incluyen una resina de base que es una resina de polipropileno que tiene un MFR de 5 g/10 min o más y 20 g/10 min o menos y un punto de fusión de 140 ºC o más y 155 ºC o menos, la distribución de pesos moleculares Mp/Mn de 6 o menos y que exhibe un calor de fusión de cristales y el punto de fusión de la resina que satisfacen la fórmula condicional (1) según se determina con un calorímetro de exploración diferencial:

[calor de fusión de cristales (J/g)] ≥

1,2 x [punto de fusión (ºC)] - 96(1)

El MFR de la resina de base es 5 g/10 min o más y 20 g/10 min o menos y, preferentemente, 7 g/10 min o más y 15 g/10 min o menos. A un MFR dentro de este intervalo, se puede conseguir un buen equilibrio entre la temperatura de moldeo y el tiempo de moldeo durante el espumado en molde.

El punto de fusión de la resina de base es 140 ºC o más y 155 ºC o menos y, preferentemente, 145 ºC o más y 152 ºC o menos. A un punto de fusión dentro de este intervalo, se puede producir un artículo espumado en molde que tiene una elevada resistencia a la compresión y una buena apariencia superficial con una máquina moldeadora común que puede resistir una presión de hasta 0,4 MPa.

Además, cuando la distribución de pesos moleculares Mp/Mn es 6 o menos, los pesos moleculares de las moléculas de polipropileno en la resina de base son relativamente uniformes, y esto favorece la cristalización de la resina de polipropileno, que es una resina cristalina. Como consecuencia, puede ser obtenida una resina de polipropileno que tiene un elevado contenido de cristales.

La resina de base de las partículas pre-expandidas satisface la siguiente relación (1) entre el calor de fusión de cristales y el punto de fusión de la resina:

[calor de fusión de cristales (J/g)] ≥

1,2 x [punto de fusión (ºC)] - 96(1)

Cuando la resina de base satisface el intervalo anteriormente descrito del MFR y la distribución de pesos moleculares, las moléculas de polipropileno que tienen pesos moleculares relativamente bajos están presentes en un estado tal que tienen pesos moleculares sustancialmente uniformes y se favorece adicionalmente la cristalización de una resina formada con estas moléculas de polipropileno. Por lo tanto, la resina así formada tiene una cantidad mayor de cristales que una resina de polipropileno habitual que tiene el mismo punto de fusión. La fórmula condicional (1) indica que la resina contiene una gran cantidad de cristales. Esta resina se espera que tenga una resistencia aumentada debido a su elevada cristalinidad y un artículo espumado en molde preparado a partir de la resina exhibirá una resistencia a la compresión superior.

Según una primera realización preferida de la presente invención, la resina de base es una resina de polipropileno que tiene un MFR de 5 g/10 min o más y 20 g/10 min o menos y un punto de fusión de 140 ºC o más y 155 ºC o menos, exhibe un calor de fusión de cristales y el punto de fusión de la resina (ambos determinados con un calorímetro de exploración diferencial) que satisfacen la fórmula condicional (1) anteriormente descrita y tienen una distribución de pesos moleculares Mp/Mn de 6 o menos. A una distribución de pesos moleculares de 6 o menos, los pesos moleculares de las moléculas de polipropileno en la resina de base son relativamente uniformes y esto favorece la cristalización de la resina de polipropileno, que es una resina cristalina. Como consecuencia, se puede obtener una resina de polipropileno que tiene un elevado contenido de cristales.

Según una segunda realización preferida de la presente invención, la resina de base es una resina de polipropileno que tiene un MFR de 5 g/10 min o más y 20 g/10 min o menos y preferentemente 7 g/10 min o más y 15 g/10 min, y un punto de fusión de 140 ºC o más y 155 ºC o menos y, preferentemente, 145 ºC o más y 152 ºC o menos y exhibe

un calor de fusión de cristales y el punto de fusión de la resina (ambos determinados con un calorímetro de exploración diferencial) que satisfacen la fórmula condiciona (1) anteriormente descrita, conteniendo la resina de base 70 por ciento o más y 95 por ciento o menos en peso de una resina de polipropileno (A) que tiene un MFR de 10 g/10 min o más y 30 g/10 min o menos y una distribución de pesos moléculas Mp/Mn de 6 o menos y 5 por ciento o más y 30 por ciento o menos en peso de una resina de polipropileno (B) que tiene un MFR de 0,1 g/10 min o más y 3 g/10 min o menos. La resina de polipropileno (A) que tiene un MFR de 10 g/10 min o más y 30 g/10 min o menos y una distribución de pesos moleculares Mp/Mn de 6 o menos o preferentemente tiene un índice de fluidez en estado fundido (MFR) de 10 g/10 min o más y 30 g/min o menos y tiene una distribución de pesos moleculares Mp/Mn de 6 o menos. Cuando el MFR y la distribución de pesos moleculares están ambos dentro de estos intervalos, las moléculas de polipropileno que tienen pesos moleculares relativamente bajos están presentes en un estado tal que tienen pesos moleculares sustancialmente uniformes y se favorece adicionalmente la cristalización de una resina formada con estas moléculas de polipropileno. Por lo tanto, la resina así formada tiene una cantidad mayor de cristales que una resina de polipropileno habitual que tenga el mismo punto de fusión.

La resina de polipropileno (B) que tiene un MFR de 0,1 g/10 min o más y 3 g/10 min o menos de la presente invención tiene preferentemente un MFR de 0,3 g/10 min o más y 2 g/10 min o menos. Una resina de polipropileno que tiene un MFR dentro de este intervalo puede conseguir una elevada eficacia de producción durante la producción en molde y puede producir un artículo espumado de resina de polipropileno que tiene una buena apariencia superficial.

Las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno de la segunda realización usan como la resina de base una resina mixta que contiene 70 por ciento o más y 95 por ciento o menos en peso de la resina de polipropileno (A) y 5 por ciento o más y 30 por ciento o menos en peso de la resina de polipropileno (B). La incorporación de 70 por ciento o más y 95 por ciento o menos en peso de la resina de polipropileno (A) tiende a aumentar la rigidez del artículo formado en molde obtenido a partir de las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno que contienen esta resina la resina de base.

La resina de polipropileno usada en la presente invención es una resina cuyo monómero componente principales propileno. Ejemplos del comonómero incluyen α-olefinas que tienen 2 o 4 a 12 átomos de carbono como etileno, 1-buteno, isobuteno, 1-penteno, 3-metil-1-buteno, 1-hexeno, 4-metil-1-penteno, 3,4-dimetil-1-buteno, 1-hepteno, 3-metil-1-hexeno, 1-octeno y 1-deceno; olefinas cíclicas como ciclopenteno, norborneno y tetraciclo[6.2.$1^{1,8}$.$1^{3,6}$]-4-dodeceno; dienos como 5-metileno-2-norborneno, 5-etilideno-2-norborneno, 1,4-hexadieno, metil-1,4-hexadieno y 7-metil-1,6-octadieno; y monómeros vinílicos como cloruro de vinilo, cloruro de vinidileno, acrilonitrilo, acetato de vinilo, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, acrilato de etilo, acrilato de butilo, metacrilato de metilo, anhídrido maleico, estireno, metil-estireno, vinil-tolueno y divinil-benceno. De estos, se usan preferentemente etileno y 1-buteno debido a sus ventajas como la resistencia al resquebrajamiento en frío y el bajo coste.

La resina de base de las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno de la presente invención contienen preferentemente 1-buteno como comonómero. La incorporación del comonómero de 1-buteno tiende fácilmente a producir un artículo espumado en molde de resina de polipropileno que tiene una elevada cristalinidad para el punto de fusión de la resina y una elevada rigidez.

Estas resinas de polipropileno son preferentemente no reticuladas pero pueden reticuladas mediante un peróxido o radiación. Puede ser usada otra resina termoplástica, como un polietileno de baja densidad, un polietileno de baja densidad lineal, un poliestireno, un polibuteno, un ionómero, miscible con la resina de polipropileno, dentro de un intervalo que no impida las características de la resina de polipropileno.

Las partículas pre-expandidas de polipropileno de la presente invención tienen dos picos de fusión en la medición mediante calorimetría de exploración diferencial (DSC). La relación de calor al pico de fusión lateral de temperatura elevada calculado a partir del calor Ql en el pico de fusión lateral a baja temperatura y el calor Qh en el pico de fusión lateral a temperatura elevada, es decir, {Qh/(Ql + Qh)} x 100 (esta relación se denomina en lo sucesivo “relación DSC”) es preferentemente 15% o más y 50% o menos y, más preferentemente, 18% o más y 40% o menos. A una relación DSC dentro de este intervalo, tiende a producirse fácilmente un artículo espumado en molde con una buena apariencia superficial.

Normalmente, la resina de polipropileno anteriormente descrita es fundida preliminarmente usando un extrusor, una amasadora, un mezclador Banbury, un rodillo o similar y conformada como partículas de resina de polipropileno de una forma deseada, como una conformación cilíndrica, elíptica, esférica, cúbica o paralelepípeda rectangular, con un diámetro medio de partículas de 0,1 a 5 mm y, preferentemente, 0,5 a 3 mm de forma que la resina basada en (poli)propileno puede ser fácilmente sometida a una pre-expansión. Un componente como un agente antiestático, un pigmento, un mejorador ignífugo o un mejorador de la conductividad que sea añadido en la medida requerida es preferentemente combinado en la resina fundida durante el procedimiento de la producción de partículas de resina.

Las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno de la presente invención se producen, por ejemplo, impregnando partículas de resina de polipropileno con un agente espumante en un recipiente a presión, dispersando las partículas resultantes en agua mediante agitación, calentando la dispersión acuosa resultante hasta una temperatura de espumado particular bajo presión y liberando la dispersión acuosa en una zona a baja presión.

La temperatura de espumado se selecciona basada en el tipo de resina de polipropileno, la cantidad de agente espumante usado, la relación de expansión diana de las partículas pre-expandidas y similares. La temperatura de espumado está preferentemente en el intervalo de una temperatura de 20 ºC menor que el punto de fusión de la resina de polipropileno hasta una temperatura de 10 ºC mayor.

Ejemplos del agente espumante impregnado en las partículas de resina de polipropileno de la presente invención incluyen hidrocarburos alifáticos como propano, butano, pentano y hexano; hidrocarburos alicíclicos como ciclopentano y ciclobutano; y gases inorgánicos como aire, gas nitrógeno y gas de dióxido de carbono; y agua. Estos agentes espumantes pueden ser usados solos o en combinación dos o más de estos. La cantidad del agente espumante usado no está particularmente limitada y puede ser apropiadamente seleccionada según la relación de expansión deseada de las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno. La cantidad del agente espumante es habitualmente 5 partes o más y 60 partes o menos en peso por 100 partes en peso de las partículas de resina de polipropileno. Ejemplos preferidos del agente espumante son agua y butano, que hacen posible el espumado a una elevada relación de expansión.

En la preparación de la dispersión acuosa anteriormente descrita, se usa en combinación un dispersante como fosfato de calcio terciario, carbonato de magnesio básico o carbonato de calcio o una pequeña cantidad de tensioactivo, por ejemplo, dodecilbencenosulfonato de sodio, n-parafina-sulfonato de sodio o α-olefina-sulfonato de sodio, como un agente auxiliar de dispersión en combinación.

Aunque las cantidades del dispersante y el tensioactivo varían dependiendo del tipo de dispersante y tensioactivo y el tipo y la cantidad de partículas de resina de polipropileno, se usa habitualmente un dispersante en una cantidad de 0,2 partes o más y 3 partes o menos en peso y habitualmente se usa un tensioactivo en una cantidad 0,001 partes o más y 0,2 partes o menos en peso por 100 partes en peso de agua.

Con el fin de mejorar la dispersabilidad de las partículas de resina de polipropileno que contienen el agente espumante en agua, se añaden 20 partes o más y 100 partes o menos en peso de las partículas de resina de polipropileno que contienen el agente espumante a 100 partes en peso de agua.

La dispersión acuosa resultante es calentada bajo presión y liberada en una zona a baja presión a través de un orificio con un diámetro de apertura de 2 a 10 mm a las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno. Como consecuencia, se obtienen las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno de la presente invención.

El recipiente a presión no está particularmente limitado y puede ser usado uno cualquiera que pueda resistir la presión y temperatura anteriormente descritas. Un ejemplo del recipiente a presión es un recipiente a presión de autoclave.

Puede ser usado un método conocido para el espumado en molde de las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno de la presente invención. Ejemplos del mismo incluyen (1) un método que usa directamente las partículas pre-expandidas; (2) un método que confiera espumado inyectando gas inorgánico como aire en las partículas pre-expandidas por adelantado; y (3) un método que rellene un molde con partículas pre-expandidas en un estado comprimido.

Un ejemplo del método para formar un artículo espumado en molde a partir de las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno de la presente invención incluye comprimir con aire las partículas pre-expandidas en un recipiente a presión por adelantado para inyectar aire en las partículas y conferir así la capacidad de espumado, rellenar un molde que puede incluir pero no puede sellar herméticamente su interior con las partículas pre-expandidas, moldear las partículas con un medio de calentamiento como vapor de agua a una presión de vapor de agua de calentamiento de 0,20 a 0,4 MPa en 3 a 30 segundos de tiempo de calentamiento para provocar la fusión entre las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno, enfriar el molde con agua hasta un nivel que pueda suprimir la deformación del artículo espumado en molde después de que el artículo espumado en molde es sacado del molde y abrir el molde para obtener el artículo espumado en molde.

Considerando lo que antecede, la densidad del artículo espumado en molde preparado a partir de las partículas expandidas de la presente invención es preferentemente de 10 kg/m^3 o más y 300 kg/m^3 o menos y, más preferentemente 15 kg/m^3 o más y 250 kg/m^3 o menos.

Se describirán seguidamente los métodos para determinar el calor de fusión de cristales, punto de fusión de la resina, MFR, distribución de pesos moleculares Mp/Mn y relación DSC.

El calor de fusión de cristales y el punto de fusión de la resina se determinan a partir de una curva DSC obtenida usando un calorímetro de exploración diferencial, DSC6200 producido por la empresa Seiko Instruments Inc., calentando 5 a 6 gramos de partículas de resina de polipropileno a una velocidad de 10 ºC/min desde 40 ºC hasta 220 ºC para fundir las partículas de resina, enfriar posteriormente las partículas de resina desde 220 ºC hasta 40 ºC a una velocidad de 10 ºC/min para permitir la cristalización y calentar seguidamente las partículas de resina de polipropileno a una velocidad de 10 ºC/min desde 40 ºC hasta 220 ºC. El calor de fusión de cristales es el calor correspondiente a la zona definida por la curva de DSC y una línea de base, que se representa gráficamente desde el principio hasta el final de la fusión en el transcurso del segundo calentamiento. El punto de fusión de la resina es

una temperatura pico en la curva de DSC.

El MFR se mide con un medidor de MFR descrito en el documento JIS-K7210, con un diámetro de orificio de 2,0959 ± 0,005 mm, una longitud del orificio de 8,000 ± 0,025 mm, una carga de 2,160 g y una temperatura de 230 ºC ± 0,2 ºC.

La distribución de pesos moleculares Mp/Mn se calcula a partir del peso molecular medio ponderal Mp y el peso molecular medio numérico Mn medidos por cromatografía de permeación de gel con exclusión de tamaños.

La relación DSC es un parámetro expresado por la relación de calor del pico de fusión lateral a temperatura elevada, es decir, {Qh/(Ql + Qh)} x100, y se calcula a partir de los dos picos, es decir, el calor pico Ql en el lado de baja temperatura y el calor pico Ql en el lado de temperatura elevada. Los dos picos son observados en una curva de fusión (un ejemplo de la cual se muestra en la Fig. 2) obtenida en el transcurso del calentamiento de 5 a 6 mg de las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno desde 40 ºC hasta 220 ºC a una velocidad de 10 ºC/ min usando un calorímetro de exploración diferencial DSC6200 producido por la empresa Seiko Instruments Inc.

Ejemplos

La presente invención se describirá seguidamente por medio de Ejemplos y Ejemplos Comparativos. Debe entenderse que la presente invención no está limitada a estos ejemplos, salvo que se indique otra cosa, “parte” y “%” están sobre una base en peso.

La evaluación de los Ejemplos y Ejemplos Comparativos se realizó como sigue.

Relación de expansión de partículas pre-expandidas

Se determinaron el volumen sumergido en etanol v (cm^3) y el peso p (g) de las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno que tenían un volumen aparente de aproximadamente 50 cm^3, y la relación de expansión se determina a partir de la densidad d (g/cm^3) de las partículas de resina antes de la expansión mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Relación de expansión} = d \times v/p$$

Presión de vapor de agua de calentamiento de moldeo mínima

Usando una máquina moldeadora de expansión de poliolefinas, “PearlStar P-150N” producida por la empresa Toyo Machinery & Metal Co., Ltd., se rellena una matriz de bloques que tienen dimensiones de 270 mm (longitud) x 290 mm (anchura) x 40 mm (grosor) con partículas pre-expandidas de resina de polipropileno cuya presión de aire en el interior de las partículas se ajusta preliminarmente a 0,2 MPa. El aire en el interior de la matriz se retira mediante vapor de agua de 0,1 MPa y se realiza el moldeo por calor en un vapor de agua de calentamiento a una presión deseada durante 10 segundos para obtener un artículo espumado de resina de polipropileno moldeado. Se observa la superficie del artículo espumado. De las presiones del vapor de agua de calentamiento que pueden producir un artículo que tenga una superficie exenta de irregularidades y espacios entre partículas no fácilmente apreciables, la presión más pequeña se define como la presión de vapor de agua de calentamiento de moldeo mínima. Esta presión es la presión más baja que puede conferir una apariencia superficial satisfactoria y es un indicador de la apariencia superficial y la capacidad de moldeo.

Resistencia a la compresión

Una pieza de ensayo que tiene unas dimensiones de 50 mm (longitud) x 50 mm (anchura) x 25 mm (grosor) es cortada a partir del artículo espumado moldeado y la tensión de compresión a una compresión de 50% cuando la pieza de ensayo es comprimida a una velocidad de 10 mm/min según la norma NDZ-Z0504 se define como la resistencia a la compresión. Esto es un indicador de la rigidez del artículo espumado en molde.

Ejemplos 1 a 7 y 9 a 11 y Ejemplos Comparativos 1, 2, 5 y 6

Se usó una resina de polipropileno que tenía un MFR y un punto de fusión como se muestra en la Tabla 1. A 100 partes de la resina que tenía una composición descrita en la Tabla 2 se añadieron 0,01 partes de talco que servía como un agente nucleante y se mezcló. La mezcla resultante se amasó en un extrusor de husillo (con un diámetro de apertura de 50 mm) y se granuló para producir partículas de resina de polipropileno (1,8 mg por partícula).

Tabla 1

	Nº	Tipo de resina	MFR	Punto de fusión	Mp/Mn
Componente A	A1	Terpolímero al azar de etileno-buteno-propileno	14,9	147,5	5,1
	A2	Terpolímero al azar de etileno-buteno-propileno	13,3	146,1	4,9
	A3	Terpolímero al azar de etileno-buteno-propileno	15,0	148,0	5,8
	A4	Terpolímero al azar de etileno-buteno-propileno	13,0	143,2	5,9
	A5	Terpolímero al azar de etileno-buteno-propileno	25,5	149,2	5,8
	A6	Terpolímero al azar de etileno-buteno-propileno	7,0	145,0	5,7
	A7	Copolímero al azar de etileno-propileno	9,5	153,3	7,0
	A8	Homopolipropileno	20,0	167,8	8,9
Componente B	B1	Copolímero al azar de etileno-propileno	0,5	147,5	-
	B2	Copolímero al azar de etileno-propileno	1,0	149,0	-
	B3	Copolímero al azar de etileno-propileno	1,3	158,0	-
	B4	Copolímero al azar de etileno-propileno	1,0	141,0	-

En un recipiente a presión de 10 l se introdujeron 100 partes de las partículas de resina, 300 partes de un medio de dispersión acuoso que contenía 2 partes de fosfato terciario de calcio básico en polvo que servía como un dispersante y 0,05 partes de n-parafina-sulfonato de sodio que servía como un agente auxiliar de dispersión y 8 a 16 partes de isobutano que servía como un agente espumante. La mezcla se calentó hasta una temperatura descrita en la Tabla 2 mientras se agitaba, se mantuvo a esa temperatura durante 10 minutos y se combinó con isobutano adicionalmente inyectado para ajustar la presión hasta el nivel mostrado en la Tabla 2. La presión se mantuvo durante 30 minutos. Posteriormente, mientras se mantenía la temperatura y la presión interiores del recipiente a niveles constantes mediante la inyección de isobutano, se abrió una válvula en el fondo del recipiente a presión para liberar el medio de dispersión acuoso a una zona a presión atmosférica a través de una placa de orificios que tenían un diámetro de apertura de 4,0 mm para obtener partículas pre-expandidas de resina de polipropileno. Las partículas expandidas obtenidas se trataron en forma de un artículo moldeado y se examinó la presión de vapor de agua de calentamiento de moldeo mínimo del mismo. El artículo obtenido se secó a 75 ºC durante 16 horas, se envejeció durante 24 horas a 23 ºC y se sometió a una medición de la resistencia a la compresión. La relación de expansión de las partículas resultantes, la densidad del artículo moldeado, la presión de vapor de agua de calentamiento de moldeo mínima y la resistencia a la compresión se muestran en la Tabla 3.

Ejemplo 8 y Ejemplos Comparativos 3 y 4

Se usó una resina que tenía un MFR y un punto de fusión mostrados en la Tabla 1. A 100 partes de la resina que tenía la relación de componentes descrita en la Tabla 2, se añadieron 0,10 partes de talco que sirvió como un agente nucleante y se mezcló. La mezcla resultante se amasó en un extrusor de husillo único (con un diámetro de apertura de 50 mm) y se granuló para producir partículas de resina de (poli)propileno (3,6 mg por partícula).

En un recipiente a presión de 10 l se introdujeron 100 partes de las partículas de resina y 300 partes de un medio de dispersión acuoso que contenía 2 partes de fosfato terciario de calcio básico en polvo que servía como un dispersante y 0,05 partes de n-parafina-sulfonato de sodio que servía como un agente auxiliar de dispersión. La mezcla se calentó hasta una temperatura descrita en la Tabla 2 mientras se agitaba y se mantuvo así durante 10 minutos. Mientras se inyectaba adicionalmente aire, la presión se ajustó hasta un nivel descrito en la Tabla 2 y se mantuvo durante 30 minutos. Posteriormente, mientras se mantenía la temperatura y la presión interiores del recipiente a niveles constantes inyectando aire, se abrió una válvula en el fondo del recipiente a presión para liberar el medio de dispersión acuoso en una zona a presión atmosférica desde una placa de orificios que tenían un diámetro de apertura de 4,0 mm para producir partículas pre-expandidas de resina de polipropileno. Se preparó un artículo moldeado a partir de estas partículas expandidas para examinar la presión de vapor de agua de calentamiento de moldeo mínima del mismo. El artículo obtenido se secó a 75 ºC durante 16 horas, se envejeció durante 24 horas a 23 ºC y se sometió a una medición de la resistencia a la compresión. La relación de expansión de las partículas resultantes, la densidad del artículo moldeado, la presión de vapor de agua de calentamiento de moldeo mínima y la resistencia a la compresión se muestran en la Tabla 3.

Tabla 2

	Componente A		Componente B		Tipo de resina				Condiciones de expansión	
	Tipo	% p	Tipo	% p	MFR [g/10 min]	Punto de fusión [ºC]	Calor de fusión [J/g]	Fórmula condicional[1)]	Temperatura de expansión [ºC]	Presión de expansión [MPa]
EJ. 1	A1	80	B1	20	6,6	147,7	87	P	146,0	1,65
EJ. 2	A1	90	B1	10	9,9	147,7	88	P	145,3	1,60
EJ. 3	A1	80	B2	20	8,4	148,0	86	P	145,8	1,65
EJ. 4	A1	90	B2	10	11,2	147,8	87	P	146,5	1,63
EJ. 5	A2	90	B2	10	11,9	148,2	85	P	144,3	1,55
EJ. 6	A3	90	B1	10	10,7	148,4	87	P	146,0	1,56
EJ. 7									142,5	1,94
EJ. 8									155,8	1,70
EJ. 9	A4	90	B2	10	10,8	144,6	81	P	142,5	1,58
EJ. 10	A5	80	B3	20	12,3	152,4	88	P	152,0	1,60
EJ. 11	A1	100	-	-	14,9	147,5	89	P	147,0	1,50
EJ. COMP. 1	A6	80	B4	20	4,5	143,5	75	F	144,5	1,50
EJ. COMP. 2.									143,0	1,80
EJ. COMP. 3	A6	100	-	-	7,0	144,5	76	F	152,0	3,00
EJ. COMP. 4									153,0	1,80
EJ. COMP. 5	A7	100	-	-	9,5	153,3	86	F	153,5	1,65
EJ. COMP. 6	A8	100	-	-	20	167,8	106	F	167,0	1,70

1): P indica que el Ejemplo satisfizo la fórmula condicional. F indica que el Ejemplo no satisfizo la fórmula condicional

Tabla 3

	Propiedades de las partículas			Propiedades del artículo moldeado		
	Relación DSC [%]	Agente espumante	Relación de expansión [tiempos]	Presión de vapor de agua de calentamiento de moldeo mínima [MPa]	Densidad del artículo moldeado [kg/m^3]	Resistencia a la compresión [MPa]
EJ. 1	31	Bu[1)]	11	0,32	60	0,68
EJ. 2	29	Bu	11	0,28	60	0,70
EJ. 3	29	Bu	11	0,28	60	0,69
EJ. 4	25	Bu	11	0,26	60	0,70
EJ. 5	30	Bu	11	0,30	60	0,67
EJ. 6	30	Bu	11	0,30	60	0,68
EJ. 7	23	Bu	20	0,28	30	0,29
EJ. 8	20	Agua	3,6	0,32	180	4,0
EJ. 9	31	Bu	11	0,30	60	0,65
EJ. 10	38	Bu	11	0,34	60	0,67
EJ. 11	33	Bu	11	0,34	60	0,70
EJ. COMP. 1	29	Bu	11	0,28	60	0,56
EJ. COMP. 2	24	Bu	20	0,26	30	0,24
EJ. COMP. 3	22	Agua	20	0,26	30	0,25
EJ. COMP. 4	18	Agua	3,6	0,32	180	3,2
EJ. COMP. 5	39	Bu	11	0,42	60	0,70
EJ. COMP. 6	46	Bu	11	0,46	60	0,75

1) Bu: butano

Las tablas muestran que las partículas pre-expandidas de resina de polipropileno que contienen la resina de los ejemplos pueden producir un artículo espumado en molde que tiene una resistencia a la compresión mayor que la del artículo espumado en molde formado a partir de partículas pre-expandidas de resina de polipropileno convencionales de los Ejemplos Comparativos 1 a 4 en aproximadamente 20 a 30 por ciento.

Con el fin de conseguir una resistencia a la compresión observada en los Ejemplos, la presión de vapor de agua de calentamiento de espumado mínima debe estar por encima de 0,4 MPa si no se usa la tecnología de la presente invención, como se muestra mediante los Ejemplos Comparativos 5 y 6. Por tanto, no puede ser usada una máquina moldeadora común que resista una presión de hasta 0,4 MPa.

Como se mencionó anteriormente, según las técnicas de la presente invención, puede ser producido un artículo moldeado de rigidez elevada con una buena apariencia superficial a partir de partículas pre-expandidas de resina de polipropileno usando una máquina moldeadora común que puede resistir una presión de hasta 0,4 MPa.

REIVINDICACIONES

1. Una partícula pre-expandida de resina de polipropileno que comprende, como una resina de base, una resina de polipropileno que tiene un MFR de 5 g/10 min o más y 20 g/10 min o menos, un punto de fusión de 140 ºC o más y 155 ºC o menos y una distribución de pesos moleculares Mp/Mn de 6 o menos y exhibe una relación entre el calor de fusión de cristales y el punto de fusión de la resina determinados con un calorímetro de exploración diferencial que satisface la fórmula condicional (1):

[calor de fusión de cristales (J/g)] ≥

1,2 x [punto de fusión (ºC)] - 96(1)

2. Una partícula pre-expandida de resina de polipropileno que comprende, como una resina de base, una resina de polipropileno que tiene un MFR de 5 g/10 min o más y 20 g/10 min o menos y un punto de fusión de 140 ºC o más y 155 ºC o menos, conteniendo la resina de polipropileno 70 por ciento o más y 95 por ciento o menos en peso de una resina de polipropileno (A) que tiene un MFR de 10 g/10 min o más y 30 g/10 min o menos y una distribución de pesos moleculares Mp/Mn de 6 o menos y 5 por ciento o más y 30 por ciento o menos en peso de una resina de polipropileno (B) que tiene un MFR de 0,1 g/10 min o más y 3 g/10 min o menos, exhibiendo la resina de polipropileno una relación entre el calor de fusión de cristales y el punto de fusión de la resina determinados con un calorímetro de exploración diferencial que satisface la fórmula condicional (1):

[calor de fusión de cristales (J/g)] ≥

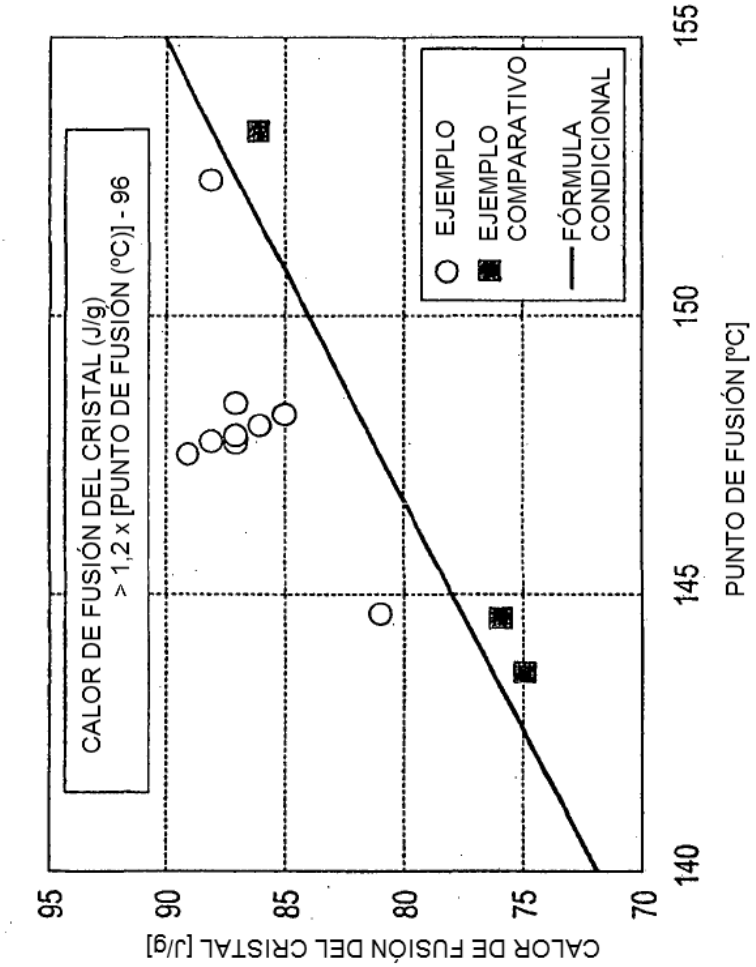
1,2 x [punto de fusión (ºC)] - 96(1)

3. La partícula pre-expandida de resina de polipropileno según la reivindicación 1 ó 2, en que la resina de polipropileno usada como la resina de base contiene 1-buteno como un comonómero.

4. La partícula pre-expandida de resina de polipropileno según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en que la relación {Qh/(Ql + Qh)} x 100 del calor en el pico de fusión lateral a temperatura elevada calculado a partir del calor del pico de fusión lateral a temperatura baja Ql y el calor del pico de fusión lateral a temperatura elevada Qh es 15% o más y 50% o menos, siendo observados los dos picos de fusión mediante calorimetría de exploración diferencial.

5. Un artículo espumado en molde producido a partir de la partícula pre-expandida de resina de polipropileno según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en que el artículo tiene una densidad de 10 kg/m^3 o más y 300 kg/m^3 o menos.

FIG. 1


CALOR DE FUSIÓN DEL CRISTAL (J/g)
> 1,2 x [PUNTO DE FUSIÓN (ºC)] - 96
EJEMPLO
EJEMPLO COMPARATIVO
FÓRMULA CONDICIONAL
CALOR DE FUSIÓN DEL CRISTAL [J/g]
95
90
85
80
75
70
140
145
150
155
PUNTO DE FUSIÓN [ºC]

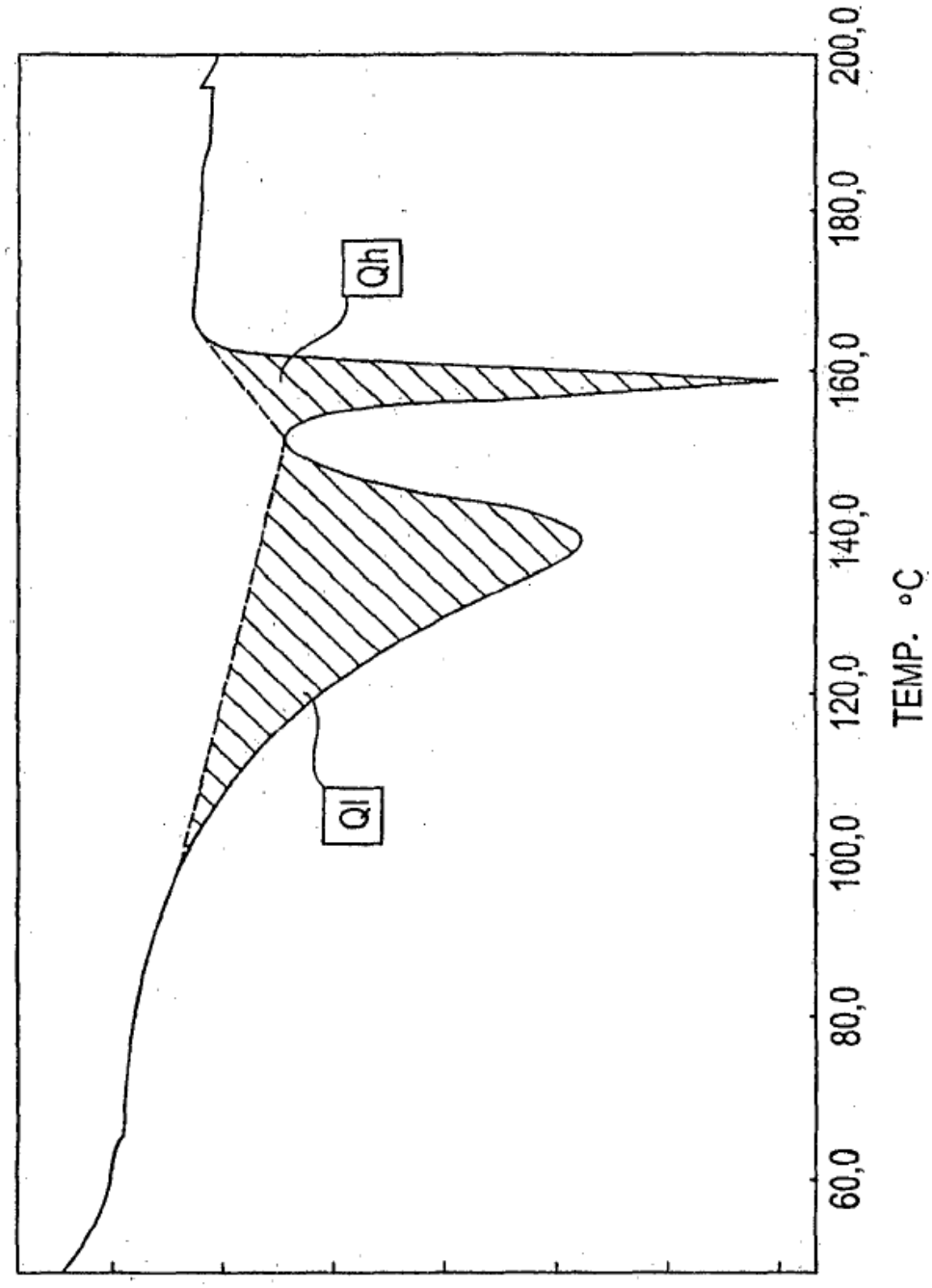



FIG. 2